

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-321619

(43)Date of publication of application : 22.11.1994

(51)Int.Cl.

C04B 35/00

C03C 8/16

H01B 3/00

(21)Application number : 05-132837

(71)Applicant : ASAHI GLASS CO LTD

(22)Date of filing : 11.05.1993

(72)Inventor : TANABE RYUICHI

SASAKI MASAKO

TAGUCHI SHUJI

(54) DIELECTRIC PASTE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a dielectric paste having stable viscosity for a long time and excellent printability by mixing a glass powder containing PbO and an ethylcellulose-base org. vehicle containing a specified amt. of an ether-base solvent.

CONSTITUTION: The dielectric paste is produced by mixing (A) a glass powder containing preferably 10-80wt.% PbO as a component and (B) ethylcellulose resin-base org. vehicle containing ≥ 30 wt.% ether-base solvent. As the ether-base solvent for the component (B), butylcarbitol, butylcarbitol acetate, diethylene glycol di-n-butylether, etc., are used. By this method, ethylcellulose in the vehicle can be uniformly dispersed in the ether-base solvent to support glass particles having large specific gravity as PbO glass so that the structure can be stably maintained for a long time. Thus, the viscosity characteristics are stabilized.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

25.04.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3343397

[Date of registration]

23.08.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-321619

(43)公開日 平成6年(1994)11月22日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/00	Y	8924-4G		
C 0 3 C 8/16				
H 0 1 B 3/00	A	9059-5G		

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 5 頁)

(21)出願番号	特願平5-132837	(71)出願人	000000044 旭硝子株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
(22)出願日	平成5年(1993)5月11日	(72)発明者	田辺 隆一 神奈川県横浜市神奈川区羽沢町松原1160番地 エイ・ジー・テクノロジー株式会社内
		(72)発明者	佐々木 雅子 神奈川県横浜市鶴見区末広町1丁目1番地 旭硝子株式会社京浜工場内
		(72)発明者	田口 修二 東京都千代田区丸の内二丁目1番2号 旭硝子株式会社内
		(74)代理人	弁理士 泉名 謙治

(54)【発明の名称】 誘電体ペースト

(57)【要約】

【構成】PbOを成分として含有するガラス粉末と、エチルセルローズ樹脂を主成分とする有機ビヒクルとを含有する誘電体ペーストである。有機ビヒクルがエーテル系溶剤を30重量%以上含有する。

【効果】長期間粘度が変わらず安定しているため、印刷性が長期間変わらず優れている。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 PbOを成分として含有するガラス粉末と、エチルセルロース樹脂を主成分とする有機ビヒクルとを含有する誘電体ペーストにおいて、有機ビヒクルがエーテル系溶剤を30重量%以上含有することを特徴とする誘電体ペースト。

【請求項2】 ガラスのPbO成分が重量%表示で10～80%である請求項1記載の誘電体ペースト。

【請求項3】 エーテル系の溶剤がブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、ジエチレングリコールジ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル、トリプロピレングリコールブチルエーテル、酢酸ブチルセロソルブのうち少なくとも1種から選ばれた請求項1記載の誘電体ペースト。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は混成集積回路用の誘電体ペーストに関するものである。

【0002】

【従来の技術】 従来、混成集積回路に用いられる誘電体（オーバーコートガラス、クロスオーバーガラス等）は、ガラス粉末を主成分とする粉末と有機ビヒクルを混練し、ペーストにし、これをスクリーン印刷により回路基板に印刷し、次いで乾燥し、所定温度で焼成することにより、形成される。

【0003】 このように、誘電体ペーストはスクリーン印刷されるため、粘度特性が重要な要素となり、印刷の良否が決定される。しかし、従来の誘電体ペーストではペースト製造後、ペーストの粘度が経時変化していくため、時間が経過すると、初期の印刷性、印刷膜厚を保つことができず、ピンホールが発生し耐電圧が低くなるという課題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は経時変化することのない安定した粘度が保持される従来知られていなかった誘電体ペーストを新規に提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、PbOを成分として含有するガラス粉末と、エチルセルロース樹脂を主成分とする有機ビヒクルとを含有する誘電体ペーストにおいて、有機ビヒクルがエーテル系溶剤を30重量%以上含有することを特徴とする誘電体ペーストである。

【0006】 本発明において、有機ビヒクルは、エーテル系溶剤を30%以上含有する。エーテル系溶剤の含有量が30%より少ないとペーストの粘度の経時変化が大きくなり、本発明の目的を達成できない。望ましくは50%以上である。

【0007】 このエーテル系溶剤としては、スクリーン印刷時のペーストの乾燥適合性からブチルカルビトール、

ブチルカルビトールアセテート、ジエチレングリコールジ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル、トリプロピレングリコールブチルエーテル、酢酸ブチルセロソルブが望ましい。

【0008】 有機ビヒクル中にはかかるエーテル系溶剤に加え、他の溶剤を含有することができる。エーテル系以外の溶剤としては通常用いられる α -テルピネオール、2, 2, 4-トリメチルー1, 3-ペンタンジオールモノイソブチレート等を使用することができる。

【0009】 有機ビヒクルは実質的に重量%表示でエチルセルロースを2%以上含有する高分子樹脂2～20重量%、エーテル系溶剤を30%以上含有する溶剤80～98重量%からなるものが好ましい。

【0010】 高分子樹脂がビヒクル中2重量%より少ないとビヒクルの粘度が低くなりすぎ、ビヒクル中20重量%より多いとビヒクルの粘度が高くなりすぎ、ペースト化が良好に進まず、また、スクリーン印刷適性が得られず好ましくない。

【0011】 一方、ガラス粉末としてはPbOを10重量%以上含有するものが好ましい。PbOの含有量が10重量%未満では粘度変化の抑制効果が少ないので好ましくない。

【0012】 以上の他にセラミックフィラーを含有させ、耐熱性の向上、熱膨張率の調整、機械的強度の向上を図ることができる。その場合、ガラス粉末とセラミックフィラーとからなる無機成分粉末が50～85重量%、有機ビヒクルが50～15重量%にすることが好ましい。無機成分粉末が50重量%より少ないと製造時に粘度が低くなりすぎ、焼成後の膜厚が薄くなり好ましくない。一方、85重量%より多いと製造時粘度が高くなりすぎ、ペースト化が困難となり好ましくない。この無機成分粉末は、実質的にPbOを10～80重量%含有するガラス粉末を60～100重量%、セラミックフィラーを0～40重量%にすることが好ましい。

【0013】

【作用】 ビヒクル中のエチルセルロースがエーテル系溶剤により均質に分散し、PbO系ガラスのような比重の重いガラス粒子を支えて、その構造を長期間安定して維持するため、粘度特性が安定すると考えられる。エーテル系溶剤が30重量%より少ない、例えばアルコール系溶剤が多いビヒクルを使用すると、エチルセルロース分子と溶剤分子の親和性が悪く、比重の重いPbO系ガラス粉末を使用しているペーストでは、粘度が経時的に変化し、多くの場合粘度が低下する。

【0014】 本発明の誘電体ペーストは上記割合に配合されているものであり、以下本発明の誘電体ペーストの作製方法とそれを使用した厚膜回路の製造の一例について説明する。上記本発明の誘電体ペーストの有機ビヒクルは、エチルセルロース樹脂をエーテル系溶剤を含有する溶剤に50～150℃で1～40hr加熱攪拌しながら

ら溶解して作製した。

【0015】このエーテル系溶剤としてはスクリーン印刷時のペーストの乾燥適合性からブチルカルビトール、ブチルカルビトールアセテート、ジエチレングリコールジ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル、トリプロピレングリコールブチルエーテル、酢酸ブチルセロソルブのうち少なくとも1種が好適に使用できる。さらに分散剤として界面活性剤を添加してもよい。

【0016】次いでそのビヒクルとPbO系ガラス粉末を3本ロールミル等を用いて混練しペーストとする。次いで本発明の誘電体ペーストをセラミックス基板上にスクリーン印刷により、電極、抵抗体等と共に順次、印刷、乾燥、所定の温度で焼成し、厚膜回路を形成する。

【0017】本発明の誘電体ペーストは、粘度の経時変化が少ないという特徴の他にスクリーン印刷性に優れ、さらにスクリーン印刷後のレベリングが良く、厚膜のピンホールが発生しにくいという特徴も発現する。本発明の誘電体ペーストには、上記した成分に加え着色のため、金属酸化物、顔料を0～5重量%添加することができる。

【0018】

【実施例】本発明にかかるエーテル系溶剤を用いた有機ビヒクルを使用した誘電体ペーストを表1、表2に記載の構成で作製した。順次作製法について説明する。まず表1、表2に示す溶剤とエチルセルロース樹脂を含む高分子樹脂とを、同表に示す重量割合になるようにして、50～150℃で1～40hr加熱攪拌しつつ溶解し、有機ビヒクルを作製した。次いで、この有機ビヒクルとPbO系ガラス粉末とを、同表に示す重量割合になるようにして、3本ロールミルにより混練し、誘電体ペーストを作製した。次いで、この誘電体ペーストについて粘度を測定した。粘度の測定値は、同表に記載の値であった。なお、PbO系ガラスのPbO含有量（単位：重量%）を同表に記載した。

【0019】次いでこの誘電体ペーストを密閉容器に入れ室温で保存し、1ヶ月後、6ヶ月後の粘度を同じ方法

で測定し、その結果を、粘度変化率として表1、表2に記載した。表1、表2から明らかなように本発明にかかる誘電体ペーストは、粘度の経時変化が少ない。このため印刷性が長期間変わらず、良好な印刷ができた。また、誘電体ペーストについて、印刷ピンホール、耐電圧を測定し、それらの結果も同表に示した。

【0020】比較例として本発明にかかる誘電体ペースト以外のものについても同様の評価を行ったので表2に併せて記載した。この場合は粘度の低下が著しく、1ヶ月後には初期の印刷性が得られず、膜厚も変化した。

【0021】表1、表2の評価方法は以下の通りである。

1) 粘度

ブルックフィールド社製回転粘度計 HBT SC4-14/6R型で10rpm、25℃、すなわち4/secのずり速度での測定値

2) 粘度変化率

$$\Delta\eta_{i-0} = (\eta_i - \eta_0) / \eta_0 \times 100 (\%)$$

η_0 : 製造時の粘度

η_i : iヶ月後の粘度

$\Delta\eta_{i-0}$: iヶ月後の粘度変化率

【0022】3) 粘度変化率判定

粘度変化率が10%以内が良であり、10%を超えるものは否である。

4) 印刷ピンホール

200メッシュ乳剤厚25μmのスクリーンで5mm×5mmパッドパターンをアルミナ基板に合計200パッド印刷した厚膜を50倍の顕微鏡で観察したピンホール個数。

【0023】5) 耐電圧

下部電極と上部電極間で10mm×10mm、膜厚35μmのクロスオーバーパターンに直流電圧をかけ、200V/1分で電圧を上昇させ、絶縁破壊した直前の電圧を記録し、30ヶのパターンにおける最低値をその耐電圧値とした。

【0024】

【表1】

				実 施 例							
サンプル番号				1	2	3	4	5	6	7	8
ベ ー ス	無 機 成 分			65	58	75	68	72	78	50	66
	有機ビヒクル			35	42	25	32	28	22	50	34
無 機 成 分	ガラス粉末			100	100	100	100	90	100	50	100
	セラミックスフィラー			0	0	0	0	SiO ₂ 10	0	Al ₂ O ₃ 50	0
ガラスのPbO 含有量				53	72	60	10	35	80	38	25
有 機 ビ ヒ ク ル	高 分 子 樹 脂	エチルセルロース樹脂		7	2	10	9	16	5	7	6
		ニトロセルロース樹脂						4			
		アクリル樹脂							2		
		ポリαメタクリル樹脂								5	
	溶 剤	エ ー テル 系	ブチルカルビトール ブチルカルビトールア セテート ジエチレングリコール ジnブチルエーテル ジプロピレングリコー ルジブチルエーテル トリプロピレングリコ ールエーテル 酢酸ブチルセロソルブ	93	98	70	30	80	73	40 10	44 50
			αテルピネオール 2,2,4-トリメチル1,3 - ペ ンタンジオールモノイソブ チレート			20	61		10 10	38	
粘度×10 ⁴ cps		製 造 後		15.2	3.5	27.0	16.2	18.5	27.3	2.1	12.5
粘度変化率 (%)		Δη ₁₋₀ 1ヶ月後		3	1	5	7	4	5	6	2
		Δη ₆₋₀ 6ヶ月後		5	2	6	8	6	7	8	3
粘 度 変 化 率 判 定				良	良	良	良	良	良	良	良
印刷ピンホール (7/5mm×5mm 200バッド)				0	0	0	0	0	0	0	0
耐 電 圧 (V)				2800	3000	2700	3100	3300	3000	2500	3000

【0025】

【表2】

			実施例			比較例			
サンプル番号			9	10	11	1	2	3	
ベース	無機成分		73	80	60	57	65	76	
	有機ビヒクル		27	20	40	43	35	24	
無機成分	ガラス粉末		100	100	100	100	100	80	
	セラミックスフィラー		0	0	0	0	0	Al ₂ O ₃ 20	
ガラスのPbO含有量			65	51	30	72	35	60	
有機ビヒクル	高分子樹脂	エチルセルロース樹脂		12	10	15	8	5	10
		ニトロセルロース樹脂						2	
		アクリル樹脂							
		ポリαメタクリレート樹脂							
	溶剤	エーテル系	ブチルカルビトール	8	50	60			5
			ブチルカルビトールアセテート						5
			ジエチレングリコール			10			
			ジnブチルエーテル		10	3			
			ジプロピレングリコール	80		3			
			トリプロピレングリコールエーテル			2			
	酢酸ブチルセロソルブ		10	2					
	αテルピネオール 2,2,4-トリメチル1,3-ペンタンジオールモノイソブチレート			20	7	92	93	80	
粘度×10 ⁴ cps		製造後		20.6	30.3	7.5	4.6	12.2	22.5
粘度変化率(%)		Δη ₁₋₀ 1ヶ月後		3	5	4	35	25	17
		Δη ₆₋₀ 6ヶ月後		4	8	5	67	53	38
粘度変化率判定			良	良	良	否	否	否	
印刷ピンホール			0	0	0	26	37	30	
(φ/5mm×5mm 200バッド)									
耐電圧(V)			3100	3000	3300	800	300	600	

【0026】

【発明の効果】本発明の誘電体ペーストは長期間粘度が
変わらず安定しているため、印刷性が長期間変わらず優

れている。また、スクリーン印刷性に優れ、さらにスク
リーン印刷後のレベリングが良く、厚膜のピンホールが
発生しにくく、耐電圧もよいという特徴を併せもつ。